

## Calculation of Microhardness Changes in 2.5 MeV Proton Irradiation on TSX Grade Graphite Structure

\*Mohamad Amin Amirkhani Dehkordi<sup>1</sup>, Mohsen Asadi Asadabad<sup>1</sup>, Mostafa Hassanzadeh<sup>1</sup>, Sayed Mohamad Mirvakili<sup>1</sup>

1- PhD., Reactor and Nuclear Safety Research School, Nuclear Science and Technology Research Institute, AEOI, Tehran, Iran.

**Citation:** Amirkhani Dehkordi M. A, Asadi Asadabad M, Hassanzadeh M, Mirvakili S. M. Calculation of Microhardness Changes in 2.5 MeV Proton Irradiation on TSX Grade Graphite Structure. Metallurgical Engineering 2020; 23(2): 154-162 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2020.121256.1281>

**doi:** <http://dx.doi.org/10.22076/me.2020.121256.1281>

### ABSTRACT

Change in the position of atoms in the material's crystalline lattice is caused by the radiation. Changes in the macroscopic properties of the material will be created by the change in structure. Knowing the amount of variation of material properties is necessary for materials in high-radiation environments. In this paper, the effect of 2.5 MeV proton irradiation on TSX grade graphite structure is investigated. This graphite is used as a reflector in the Tehran research reactor. The radiation has been carried out with the proton for 276 minutes. Microhardness test, Raman test, and SEM images were used in this study. The results show an increase in the microhardness of the material due to the radiation. Increased vacancy and interstitial clusters have also been observed in the Raman spectrum. The creation of cavities on the surface of irradiated graphite is observed in SEM images. The results can be verified by using the point defect model.

**Keywords:** Radiation damage, TSX graphite, Microhardness, Proton irradiation, Raman spectrum.

Received: 5 February 2020

Accepted: 15 December 2020

■ ..... ■

\* *Corresponding Author:*

Mohamad Amin Amirkhani Dehkordi, PhD

Address: Reactor and Nuclear Safety Research School, Nuclear Science and Technology Research Institute, AEOI, Tehran, Iran.

Tel: +98 (9131854022)

E-mail: mamirkhani@aeoi.org.ir

## محاسبه تغییرات میکروسختی در تابش پروتون $2/5 \text{ MeV}$ بر ساختار گرافیت درجه TSX

\*محمد امین امیرخانی دهکردی<sup>۱</sup>، محسن اسدی اسدآباد<sup>۱</sup>، مصطفی حسن زاده<sup>۱</sup>، سید محمد میروکیلی<sup>۱</sup>

۱- دکتری، پژوهشکده راکتور و ایمنی هسته‌ای، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، سازمان انرژی اتمی ایران، تهران، ایران.

### چکیده

تغییر در موقعیت اتم‌ها در شبکه بلوری ماده در اثر تابش ایجاد می‌شود. تغییر ساختار سبب تغییر در مشخصات ماکروسکوپی ماده خواهد شد. دانستن مقدار تغییرات انواع خصوصیات ماده در محیط‌های با تابش بالا ضروری است. در این مقاله به مطالعه تاثیر تابش پروتون با انرژی  $2/5 \text{ MeV}$  بر ساختار گرافیت با درجه TSX پرداخته شده است. این نوع گرافیت در راکتور تحقیقاتی تهران به عنوان بازتابنده استفاده می‌شود. تابش دهی برای مدت زمان ۲۷۶ دقیقه با پروتون انجام شده است. در بررسی انجام گرفته از تست میکروسختی، تست رامان و تصاویر SEM استفاده شده است. نتایج، افزایش میکروسختی ماده در اثر تابش را نشان می‌دهد. همچنین افزایش حلقه‌های تهی‌جا و بین‌نشین‌ها در بررسی طیف رامان بدست آمده است. ایجاد حفره‌های در سطح گرافیت تابش دیده، در تصاویر SEM مشاهده شده است. نتایج بدست آمده با استفاده از مدل عیوب نقطه‌ای قابل بررسی می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: آسیب تابش، گرافیت TSX، میکروسختی، تابش پروتون، طیف رامان.

دریافت: ۱۳۹۸/۱۱/۱۶ | پذیرش: ۱۳۹۹/۰۹/۲۵

### ۱. مقدمه

افزایش زنجیره برخوردی و هسته‌های پس زده شده است. این فرآیند ادامه می‌یابد تا اتم جابجا شده، انرژی کافی برای خارج کردن اتم دیگر از شبکه بلوری نداشته باشد. بنابراین آبخاری از هسته‌های پس زده از نخستین واکنش از یک جزء تابشی با انرژی زیاد با یک اتم جامد توسعه پیدا می‌کند [۳]. هنگامی که یک اتم فلز از شبکه بلوری بیرون انداخته می‌شود یک حفره (Vacancy) در ساختار شبکه ایجاد می‌شود. اتم‌های جابجا شده پایدار ممکن است انرژی‌شان را از دست داده و موقعیت دیگری از مکان شبکه بلوری معمولی را اشغال کنند که اتم بین‌نشین (Interstitials) را بوجود می‌آورد [۳]. این دو منسوب به جفت‌های فرانکل (Frankel Pairs) هستند [۶]. افزایش تهی‌جاها و اتم‌های بین‌نشین مشخصات فلزات را تغییر می‌دهد [۳]. برخوردهای پروتون-اتم یا اتم-اتم به وسیلهی برهمکنش‌های میان ابرهای الکترونی، ابر الکترونی و هسته و میان هسته‌ها کنترل می‌شوند. این برهم-کنش‌ها به وسیلهی آن چه که به عنوان پتانسیل‌های بین اتمی شناخته شده‌اند، توضیح داده می‌شوند. در تابش دهی نوترون به علت خنثی

امروزه مطالعه آثار ناشی از تابش پرتوها بر روی مواد و عیوبی که در ساختار کریستالی آنها بر اثر برخورد این پرتوها بوجود می‌آید در بسیاری از سیستم‌ها از جمله راکتورهای شکافت و گداخت، شتاب‌دهنده‌ها، ماهواره‌های فضایی، سیستم‌های پزشکی و... نقش بسیار مهمی دارند [۱]. برهمکنش تابش‌های پر انرژی با شبکه بلوری منجر به عیوبی همچون تهی‌جاها، بین‌نشین‌ها، یونش و برانگیختگی اتمی می‌شود که سبب تغییرات در مشخصات ماکروسکوپی ماده می‌شوند [۲].

پروتون، آلفا، نوترون‌های سریع و پاره‌های شکافت معمولاً انرژی کافی را از طریق برخوردهای الاستیک و غیرالاستیک برای حذف هسته از موقعیت شبکه بلوری مواد انتقال می‌دهند [۳]. یک اتم در شبکه باید مقدار انرژی کمینه‌ای را دریافت کند تا از جایگاهش در شبکه خارج شود که به این انرژی، انرژی جابجایی یا آستانه جابجایی گویند و با  $E_d$  نشان داده می‌شود [۴]. اتم خارج شده همچون یک هسته پس زده شده ممکن است سبب آبخاری از جابجایی‌های اتمی شود [۵]. اگر انرژی اتم پس زده شده به اندازه کافی زیاد باشد ممکن است سبب

\* نویسنده مسئول:

دکتر محمد امین امیرخانی دهکردی

نشانی: تهران، سازمان انرژی اتمی ایران، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، پژوهشکده راکتور و ایمنی هسته‌ای.

تلفن: (۹۱۳۱۸۵۴۰۲۲) +۹۸

پست الکترونیکی: mamirkhani@aeei.org.ir

پرداخته شده است. تست‌های میکروسختی و رامان از نمونه‌ها قبل و بعد از تابش‌دهی گرفته شده است و نتایج بدست آمده با استفاده از مدل عیوب نقطه‌ای بررسی خواهد شد. به دلیل ایجاد آلودگی پرتویی در مواد تابش دیده با نوترون و عدم وجود امکانات لازم برای بررسی مستقیم اثر تابش نوترون بر ساختار ماده استفاده از تابش یون‌هایی همچون پروتون برای بررسی‌های اولیه اثرات تابش مطابق با مراجع [۴] روشی بسیار مناسب می‌باشد.

### شتاب‌دهنده و اندوگراف

در این پژوهش برای پرتودهی پروتون از شتاب‌دهنده و اندوگراف موجود در سازمان انرژی اتمی ایران استفاده شده است. این شتاب‌دهنده در سال ۱۳۵۱ نصب و اولین آزمایش‌های آنالیز عنصری در سال‌های ۵۷-۵۵ با روش پیکسی در آن انجام گرفته است. این شتاب‌دهنده توانایی افزایش انرژی پروتون تا 3 MeV را دارا است. در دهه ۹۰ میلادی، در چهارچوب طرحی با آژانس بین‌المللی انرژی اتمی، امکانات آنالیز با باریکه یونی که پیش از آن عملاً به پیکسی و به صورت جانبی به پسرپراکندگی رادرفورد و واکنش‌های هسته‌ای محدود بود گسترش یافت و وسایل تجربی جدید، امکانات روزآمد و پیشرفته‌ای در اختیار آزمایشگاه و اندوگراف قرار گرفت که امکان انجام آنالیزهای جدیدی فراهم شده است. هم‌اکنون روش‌های پیش‌رو برای آنالیز با باریکه یونی در آزمایشگاه و اندوگراف مورد استفاده قرار می‌گیرد شکل ۱ شماتیک سیستم استفاده شده برای تغییر دما در هنگام تابش‌دهی پروتون را نمایش می‌دهد. این سیستم از یک کوره لوله‌ای الکتریکی (Electric tube furnace) و یک تنظیم کننده دما تشکیل شده است. با تنظیم دمای مورد نظر، جریان عبوری از کوره شروع به نوسان کرده تا در دمای مورد نظر به حالت پایدار دست پیدا کند.

### آماده سازی نمونه

برای تابش‌دهی یونی، نمونه‌ای از گرافیت درجه TSX با ابعاد  $10 \times 10 \times 1$  mm<sup>3</sup> که به کمک سنباده درجه‌های ۶۰۰، ۸۰۰، و ۳۰۰۰ صیقل و به کمک استون شستشو داده شده مورد استفاده قرار گرفته است. ابعاد نمونه با استفاده از میکرومتر اندازه‌گیری شده است. تخلخل نمونه با کمک روش BET برابر با ۲۲% بدست آمده است. جدول ۱ مشخصات فیزیکی و مکانیکی این گرافیت را نشان می‌دهد.

### تست میکروسختی

از تست میکروسختی برای دستیابی به مولفه سختی ماده استفاده شده است. این آزمایش برای ارزیابی سنجش مواد، کنترل کیفیت فرآیند تولید و توسعه بسیار مهم است. سختی

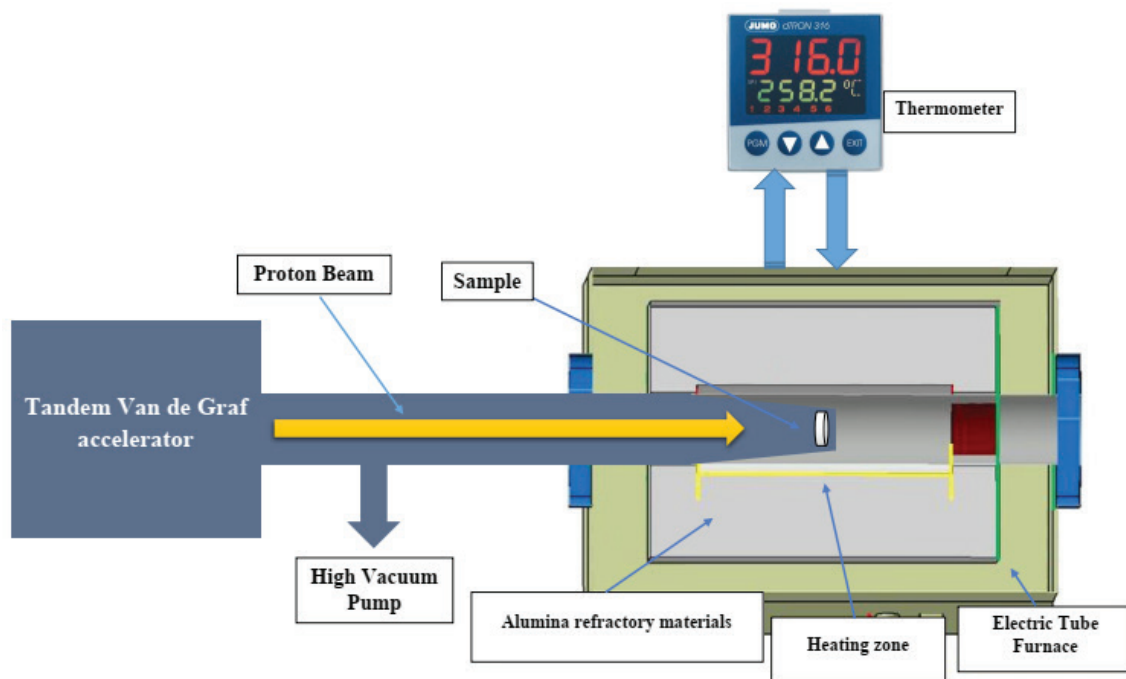
بودن بار الکتریکی نوترون‌ها، می‌توان برخورد‌های کشسان بین نوترون‌ها و هسته‌ها را به مثابه‌ی برخورد کره‌های سخت در نظر گرفت [۴].

گرافیت درجه هسته‌ای به دلیل پایداری گرمایی و استحکام در دمای بالا و خلوص بسیار بالا، استفاده وسیعی به عنوان کندکننده و بازتابنده در راکتورهای هسته‌ای داشته است. اولین استفاده از گرافیت در راکتورها توسط فرمی در سال ۱۹۴۲ در راکتور دانشگاه شیکاگو صورت گرفت [۱۷]. از کاربردهای دیگر گرافیت می‌توان به استفاده به عنوان حفاظ نوترونی در راکتورهای زاینده با خنک‌کننده سدیم، پوشش سوخت‌های جدید و همچنین به دلیل ضریب انتقال حرارت بالا و مقاومت بالا در برابر شوک‌های گرمایی به کاربرد در راکتورهای گداخت هسته‌ای اشاره کرد [۸-۱۱].

تحت تابش شبکه گرافیت گسترشی در طول محور c و انقباضی موازی در صفحات پایه‌ای را تحمل می‌کند. این تغییر ابعاد مربوط به جابجایی‌های اتم‌های کربن ناشی از تابش است، که انباشت خوشه‌های بین‌اتمی در بین صفحات پایه جداشدگی صفحات را ناشی می‌شود. این تغییر ساختار میکروسکوپی ناشی از تابش، تأثیر عمیقی بر مشخصه‌های فیزیکی همچون مدول یانگ، استحکام شکست و رسانندگی گرمایی و الکترونیکی دارد [۱۲]. Oku خزش کششی (tensile creep) را برای نوعی از گرافیت در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد برای محدوده تابش‌دهی  $10^{25} \text{ n/m}^2$  بحث کرده است و پیشنهاد یک افزایش یکنواخت در ضریب خزش تابشی را با دمای تابش‌دهی داده است. همچنین یک افزایش در ضریب انبساط حرارتی (Coefficient of thermal expansion) (CTE) به دنبال تابش‌دهی قابل مشاهده است [۱۳]. یکی از معروفترین مدل‌ها برای توصیف تغییرات ابعادی مدل "عیوب نقطه‌ای (Point defect)" است. این مدل پیشنهاد می‌کند که تهی‌جاها ناشی از تابش در صفحات پایه جمع می‌شوند و حلقه‌های جابجا شده کوچک را شکل می‌دهند. پس از آن، نابودی این حلقه‌ها موجب انقباض در راستای a/b می‌شود و انبساط در جهت c مربوط به تراکم صفحات جانبی بین صفحات پایه، باعث شکل‌گیری لایه‌های جدید می‌شود [۱۴]. در کشور ما، ایجاد کدهای محاسباتی برای انجام محاسبات اثرات تابش نوترون مورد توجه پژوهشگران بوده است [۱۵]. همچنین تأثیر تابش نوترون بر ثابت آسیب جریان معکوس  $\alpha$  در چندین مدل از دیوده‌های مختلف مورد بررسی قرار گرفته است [۱۶]. بررسی مکانیسم آسیب تابش بر آلومینیم و آلیاژهای آن که به عنوان غلاف راکتورهای تحقیقاتی مورد استفاده قرار می‌گیرد نیز مورد توجه پژوهشگران بوده است [۱۷].

### ۲. مواد و روش تحقیق

در این پژوهش به بررسی تغییرات ایجاد شده در میکروسختی گرافیت درجه TSX با استفاده از تابش پروتون 2/5 MeV



شکل ۱. شماتیک سیستم تابش دهی پروتون

جدول ۱. خواص گرافیت درجه TSX [۱۸]

TSX	واحد	مشخصه
۱/۷۱	$g \cdot cm^{-3}$	چگالی
$4/1 \times 10^{-6}$	$K^{-1}$	ضریب انبساط حرارتی
۶	$\mu\Omega m$	مقاومت الکتریکی
۱۱/۴-۱۴	GPa	مدول یانگ
۲۵	MPa	استحکام خمش (Flexural bending)
۳۸	MPa	استحکام فشاری (Compressive strength)

رابطه (۱)

$$HV = 0.0018544 \left( \frac{P}{d^2} \right)$$

که  $P$  نیروی اعمال شده (N) و  $d$  متوسط طول دو قطر (mm) است. در سال ۱۹۷۴ تاتسو اکیو (Tatsuo Oku) و همکارش روابطی تجربی بین سختی ویکرز با استحکام فشاری در گرافیت‌های هسته‌ای را تعیین کردند. برای استحکام فشاری داریم [۲۱]:

رابطه (۲)

$$\sigma_c = 0.44HV \pm 0.8$$

که در آن  $\sigma_c$  استحکام فشاری ( $Kg/mm^2$ ) است. در این پژوهش از دستگاه qualitest qv1000 برای انجام آزمون

همراه با تنش کششی یک شاخص برای مقاومت پوشش و چکش‌خواری مواد است. این آزمایش همچنین برای تعیین فاز مورد استفاده قرار می‌گیرد. چندین روش آزمایش سختی توسعه پیدا کرده است که عبارتند از: Brinell, Vickers, Rockwell که آزمایش‌های سختی ماکرو و Knoop, Tukon که آزمایشات سختی میکرو می‌باشند [۱۹]. در این پژوهش از روش ویکرز (Vickers) مطابق با استاندارد ASME C1327 استفاده شده است. در این آزمون indenter الماسی هرمی شکل با زوایای مشخص تحت نیروی تعیین شده بر ماده اثری مربع شکل ایجاد می‌کند که از اندازه‌گیری قطر آن مقدار سختی بدست می‌آید. نمونه این آزمون باید ضخامتی بیش از ۰/۵ mm داشته باشد. برای محاسبه سختی ویکرز بر حسب واحد GPa داریم [۲۰]:

باشد و به منظور تعیین تحلیل کمی استفاده می‌شود. هر نقص مهم ناشی شده از ویژگی‌های رامان از فونون‌ها و مشخصات منعکس شده‌ی ناهنجاری کوهن سرچشمه می‌گیرد، فرکانس نمایشگر برای ارتعاشات گرافیت در جدول ۲ نمایش داده شده است.

جدول ۲. ارتعاشی گزارش شده برای گرافیت [۲۲]

مرتب‌بندی رامان	قله رامان	فرکانس رامان (cm <sup>-1</sup> )
اول	D	۱۳۵۰
	G	۱۵۸۰
	D'	۱۶۲۰
دوم	G'(2D)	۲۷۰۰
	D''(D+D')	۲۹۵۰
	G''(2D')	۳۲۴۰

قله‌های رامان در گرافیت، ارائه دهنده‌ی اطلاعات جزئی درباره ساختار همچون اندازه بلور است [۲۲]. در این پژوهش از دستگاه TEKSAN N1-541 که دارای لیزر آرگون با طول موج ۵۳۲ nm ، توان ۱۰۰ mW و انرژی برانگیختگی ۲/۴۱ eV است در دمای اتاق استفاده شده است. دقت اندازه‌گیری ۵ cm<sup>-1</sup> ± و سطحی با ابعاد ۳۰۰×۴۰۰ μm<sup>2</sup> با استفاده از ۱۰۰ نقطه‌ی لیزر بررسی شده است. پردازش داده‌ها با استفاده از نرم‌افزار OriginPro 9.1 استفاده شده است. شدت اوج I<sub>(G)</sub> (۱۵۸۰ cm<sup>-1</sup>) مد کشش پیوند هیبریداسیون sp<sup>2</sup> [۲۲] و شدت اوج I<sub>(D)</sub> (۱۳۵۰ cm<sup>-1</sup>) اختلال‌های ناشی از نقص شبکه [۲۳] را نشان می‌دهد. اندازه بلور L<sub>a</sub> می‌تواند از رابطه تجربی زیر بدست آید [۲۴]:

رابطه (۳)

$$L_a = 2.4 \times 10^{-10} \lambda^4 \left( \frac{I_{(D)}}{I_{(G)}} \right)^{-1}$$

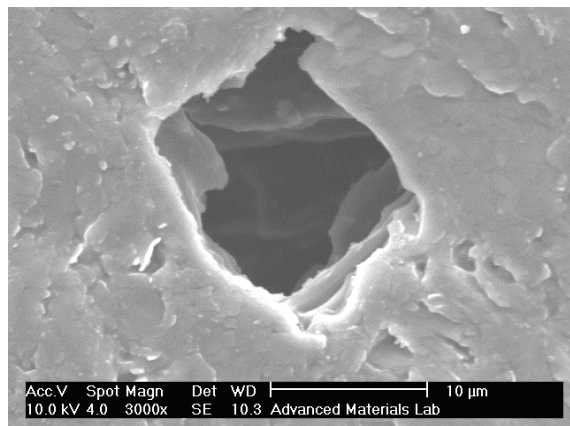
که در آن λ طول موج لیزر برحسب nm است.

### ۳. نتایج و بحث

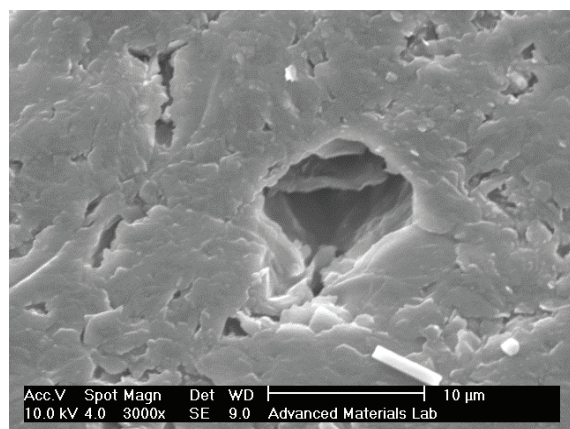
#### تابش دهی پروتون

در جدول ۳ برنامه تابش پروتون انجام شده نمایش داده شده است. قطر بیم پروتون برخورد کرده به سطح نمونه ۳ mm می‌باشد. همچنین پروفایل آسیب ایجاد شده در نمونه تابش دیده که با استفاده از کد SRIM محاسبه شده است در شکل ۳ نمایش داده شده است. مشاهده می‌شود که ناحیه آسیب از دو منطقه تشکیل شده است، یک منطقه یکنواخت آسیب (کمتر از ۶۰ میکرومتر) و یک قله در ۷۰ میکرومتر از سطح نمونه. در ناحیه اول به دلیل انرژی زیاد، پروتون در اثر برخوردهای الاستیک و غیر الاستیک انرژی خود را از دست می‌دهد. در ناحیه

استفاده شده است. مقدار بار اعمالی برابر با ۵۰ گرم و زمان اعمال بار ۲۰ ثانیه در نظر گرفته شده است. در شکل ۲ تصویر SEM از محل اثر ایجاد شده در هریک از نمونه‌ها نشان داده شده است.



نمونه تابش ندیده



نمونه تابش دیده

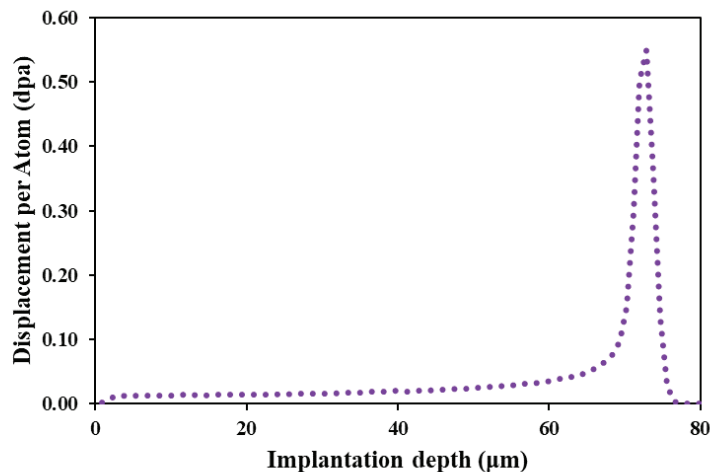
شکل ۲. تصاویر SEM از نقطه اثر آزمون ریزسختی سنجی

#### طیف رامان

طیف رامان برای بررسی سطح و ساختار مواد کربنی برای سالیان زیادی مورد استفاده قرار گرفته است. تئوری رامان بر این اساس است که نتیجه طیف رامان که پراکندگی غیرالاستیک فوتون‌ها بوسیله‌ی مولکول‌ها است زمانی که یک پرتو نور به روی نمونه برخورد می‌کند افزایش یافته و کسری از نور پراکنده می‌شود. بزرگی این نور پراکنده شده پراکندگی الاستیک است و تغییر مکان در انرژی را سبب می‌شود. همچنین یک کسر بسیار کوچک در طول موج‌های مختلف از نور برخوردی، دارای پراکندگی غیرالاستیک است. بزرگی نتیجه شده تغییر مکان رامان (Raman shift) نامیده می‌شود و مربوط به مشخصه‌ی ارتعاشی ذاتی مولکول و به طور خاص پیوند مربوطه است که می‌تواند مربوط به ساختار اتم و عیوب

جدول ۳. برنامه تابش پروتون نمونه‌های گرافیت

نمونه	زمان (min)	شار (p/cm <sup>2</sup> .s)	جریان (p/cm <sup>2</sup> )	آسیب (dpa)
۱	۰	۰	۰	۰
۲	۲۷۶	$۸/۸۴ \times ۱۰^{-۱۳}$	$۱/۴۶ \times ۱۰^{-۱۸}$	۰/۰۲



شکل ۳. پروفایل آسیب جابجایی بوسیله‌ی پروتون ۲/۵ MeV در نمونه گرافیت TSX

دوم در اثر کاهش انرژی و سرعت، پروتون در اثر برهمکنش‌های الکترومغناطیسی انرژی خود را از دست می‌دهد [۴].

### تست میکروسختی

در آزمایش میکروسختی برای هر نمونه، اندازه‌گیری در ده نقطه مختلف از سطح نمونه، انجام شده و مقدار سختی اندازه‌گیری شده است. همچنین با تبدیل عدد سختی و به کمک رابطه (۲) مقادیر استحکام فشاری بدست آمده است. نتایج بدست آمده از این آزمون در جدول ۴ آورده شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود با افزایش تابش‌دهی، مقدار متوسط سختی افزایش یافته است. این افزایش سختی در مراجع دیگر نیز مشاهده شده است [۲۵]. با افزایش تابش دهی و جابجایی اتم‌ها، اتم‌های جابجا شده شروع به تشکیل لایه جدید در بین دو لایه اتمی در راستای عمود بر محور می‌کنند. این لایه جدید اتصالات بین لایه‌های مختلف گرافیت را افزایش می‌دهد و این پدیده، سبب افزایش سختی در ماده می‌شود. افزایش پارامتر c شبکه پس از تابش دهی در نتایج تست XRD گزارش شده در مراجع مشاهده شده است [۲۶].

### طیف رامان

شکل ۴ طیف رامان بهنجار شده از نمونه‌های گرافیت را نشان می‌دهد. در طیف رامان گرافیت وجود قله‌های ( $۱۳۵۰ \text{ cm}^{-1}$ ), D,

( $۱۵۸۰ \text{ cm}^{-1}$ ) G، ( $۱۶۲۰ \text{ cm}^{-1}$ ) D'، ( $۲۷۰۰ \text{ cm}^{-1}$ ) G'، ( $۲۹۵۰ \text{ cm}^{-1}$ ) D'' و ( $۳۲۴۰ \text{ cm}^{-1}$ ) G'' معمول است [۲۲]. نسبت شدت  $I_{D'}/I_G$ ، اندازه بلور در صفحه،  $FWHM_G$  و نسبت  $I_{D''}/I_G$  در جدول ۵ آمده است. افزایش  $FWHM_G$  نشان از افزایش تجمع حفره‌ها در ساختار ماده دارد [۲۲]. این افزایش تجمع حفره سبب ایجاد حلقه‌های تهی‌جا می‌شود که در تصاویر SEM (شکل ۶) به شکل افزایش حفره‌ها نمایان می‌شود. کاهش نسبت  $I_{D'}/I_G$  می‌تواند به دلیل کاهش تعداد حلقه عیوب بین‌اتمی و تشکیل حلقه‌های بزرگتر از اجتماع حلقه‌های کوچک‌تر باشد [۲۷]. کاهش نسبت  $I_{D'}/I_G$  منجر به افزایش اندازه  $L_a$  (Å) می‌شود که در جدول ۵ قابل مشاهده است.

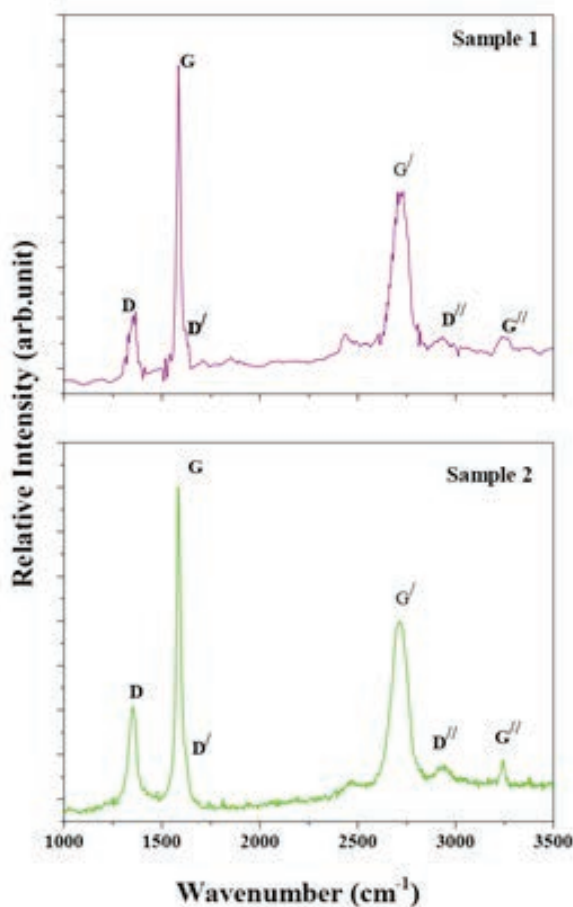
شکل ۵ تغییرات  $FWHM_G$  با  $I_{D'}/I_G$  را نمایش می‌دهد. نتایج با داده‌های بدست آمده از تابش نوترون بوسیله‌ی Knight and White [۲۸] و همچنین گرافیت‌های راکتور British Experimental Pile Zero (BEPO) [۲۲] مقایسه شده است. این نتایج مشابه با نتایج حاصل از XRD نشان می‌دهند که ساختار بلوری ماده پس از این مقدار تابش‌دهی باقی مانده است و با افزایش مقدار تابش‌دهی ساختار بلوری در حال از بین رفتن است [۲۳].

جدول ۴. نتایج آزمون میکروسختی و استحکام فشاری

نقطه اثر	نمونه تابش ندیده				نمونه تابش دیده			
	D1 (μm)	D2 (μm)	درصد حد مجاز	سختی (HV)	D1 (μm)	D2 (μm)	درصد حد مجاز	سختی (HV)
۱	۵۸/۹۸	۶۲	۴/۹۹	۱۲/۷	۵۵/۶۳	۵۶/۷۲	۱/۹۴	۱۴/۳۵
۲	۶۱/۶۵	۶۴/۳۵	۴/۲۹	۱۱/۷	۵۳/۱۳	۵۱/۹۷	۲/۲۱	۱۴/۸۹
۳	۶۰/۵۳	۶۰/۲	۰/۵۵	۱۲/۷۲	۵۰/۹۷	۴۹/۲۸	۳/۳۷	۱۲/۵
۴	۷۱/۸۲	۷۴/۳۲	۳/۴۲	۸/۴۲	۵۹/۹۲	۶۱/۰۸	۱/۹۲	۱۸/۲
۵	۷۴/۸۲	۷۵/۶	۱/۰۴	۸/۱۹	۶۸/۸۵	۷۰/۴	۲/۲۳	۱۲/۶
۶	۷۵/۹۵	۷۴/۶۸	۱/۶۹	۸/۲	۶۴/۱	۶۴/۹۷	۱/۳۵	۱۴/۷
۷	۷۵/۸۵	۷۳/۲	۳/۵۶	۸/۳	۵۲/۲۷	۵۲/۳۳	۰/۱۱	۱۱/۱
۸	۶۱	۶۲/۱۳	۱/۸۴	۱۲/۲۳	۵۱/۰۲	۵۱/۲۵	۰/۴۵	۱۰/۶
۹	۵۹/۲	۵۷/۴	۳/۰۹	۱۳/۶۴	۵۰/۲۳	۵۰/۴	۰/۳۴	۱۲/۳
۱۰	۵۰/۶۸	۵۲/۴۵	۳/۴۳	۱۷/۴۳	۵۰/۴	۴۹/۶۷	۱/۴۶	۱۵/۵
			۱۰/۶۸			۱۳/۶۷		
			۴/۷			۶/۰۱		
			متوسط سختی					
			σc					

#### ۴. نتیجه گیری

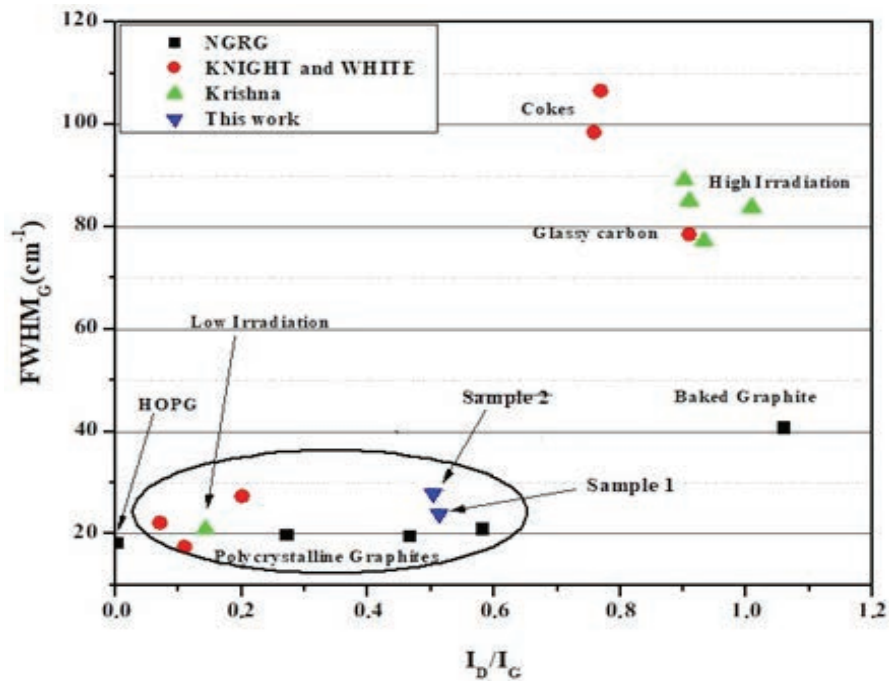
در این پژوهش به بررسی اثر تابش پروتون 2/5 MeV بر مشخصه مکانیکی (میکروسختی) گرافیت درجه TSX پرداخته شده است. اندازه گیری انجام شده نشان از افزایش میکروسختی ماده پس از تابش دهی دارد. به منظور درک بهتر از دلیل افزایش میکروسختی از ماده، تست رامان گرفته شده است. با استفاده از تست رامان و نتایج موجود در مراجع از تست XRD نمونه های تابش دیده با نوترون، مشاهده شده است که پس از تابش دهی، اتم های بین نشین شروع به تشکیل صفحات جدید در راستای عمود بر شبکه بلوری ماده کرده اند و این صفحات جدید با ایجاد پیوند با دو صفحه دیگر سبب افزایش سختی ماده شده اند. افزایش تجمع تهی جاها نیز در تست رامان مشاهده شده است که در تصاویر SEM از ماده به شکل افزایش حفره خود را نشان داده است. نتایج بدست آمده با استفاده از مدل عیوب نقطه ای، قابل توضیح و بررسی می باشند.



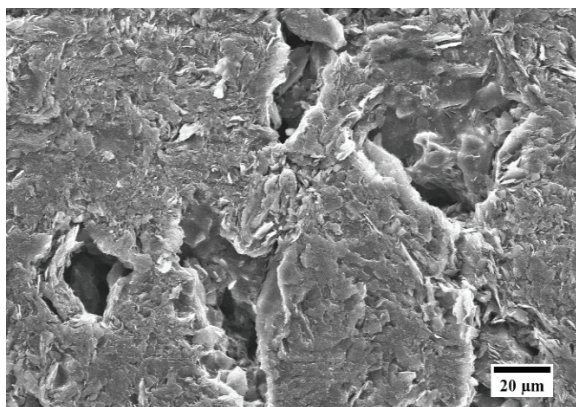
شکل ۴. طیف رامان نمونه های گرافیت

جدول ۵. آنالیز کمی طیف رامان از نمونه‌های گرافیت TSX

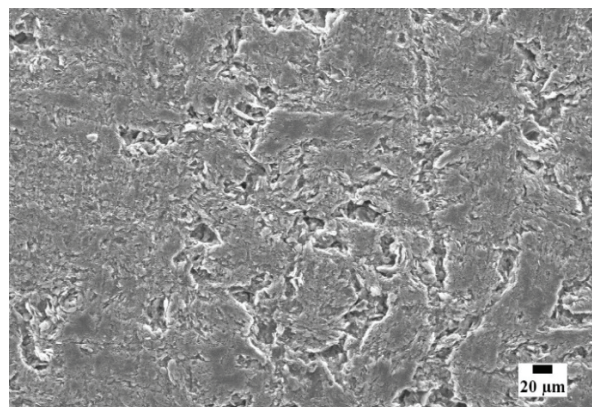
$I_{D//I_G}$	$FWHM_G (cm^{-1})$	$L_a (\text{Å})$	$I_b/I_G$	نمونه
۰/۴۹۳۷	۲۳/۸۵	۳۷۴/۵	۰/۵۱۲۹۹	تابش ندیده
۰/۳۷۲۹	۲۸/۱۷	۳۷۹/۷	۰/۵۰۶۲۵	تابش دیده



شکل ۵.  $FWHM_G$  بر حسب  $I_D/I_G$  در انواع مختلف گرافیت



نمونه تابش دیده



نمونه تابش ندیده

شکل ۶. تصاویر SEM از سطح نمونه گرافیت TSX قبل و بعد از تابش دهی



## References

- [1] Nordlund K, Sand A, Granberg F, Zinkle S, Stoller R, Averback R, et al. Primary Radiation Damage in Materials: Review of Current Understanding and Proposed New Standard Displacement Damage Model to Incorporate In-cascade Mixing and Defect Production Efficiency Effects. OECD Nuclear Energy Agency; 2015.
- [2] Olander DR. Fundamental aspects of nuclear reactor fuel elements. California Univ., Berkeley (USA). Dept. of Nuclear Engineering; 1976.
- [3] Handbook DF. Material Science. Volume. 1993;2:72.
- [4] Was Gary S. Fundamentals of Radiation Materials Science. Berlin Heidelberg; Springer; 2007.
- [5] Holbert KE. Radiation Effects Damage. Dr Holbert's Course "EEE 598 – Radiation Effects. 2012.
- [6] Johnston A, Swift G, Scheick L, Conley Jr J. Space radiation effects on microelectronics. Jet Propulsion Laboratory, Electronic Parts Engineering Office, Section. 2002;514.
- [7] Mukhopadhyay P, Gupta RK. Graphite, Graphene, and their polymer nanocomposites: CRC Press; 2012.
- [8] Lukez R. The Use of Graphite/Epoxy Composite Structures in Space Applications. 1987.
- [9] Maahs HG, Schryer DR. Chemical impurity data on selected artificial graphites with comments on the catalytic effect of impurities on oxidation rate. 1967.
- [10] Deslandes A, Guenette MC, Corr CS, Karatchevtseva I, Thomsen L, Ionescu M, et al. Ion irradiated graphite exposed to fusion-relevant deuterium plasma. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. 2014;340:21-6.
- [11] Atsumi H, Muhaimin A, Tanabe T, Shikama T. Hydrogen trapping in neutron-irradiated graphite. Journal of Nuclear Materials. 2009;386:379-82.
- [12] Karthik C, Kane J, Butt DP, Windes WE, Ubic R. Neutron irradiation induced microstructural changes in NBG-18 and IG-110 nuclear graphites. Carbon. 2015;124:131-86.
- [13] Snead L, Contescu C, Byun T, Porter W. Thermophysical property and pore structure evolution in stressed and non-stressed neutron irradiated IG-110 nuclear graphite. Journal of Nuclear Materials. 2016;476:102-9.
- [14] Hinks J, Haigh S, Greaves G, Sweeney F, Pan C, Young R, et al. Dynamic microstructural evolution of graphite under displacing irradiation. Carbon. 2014;68:273-84.
- [15] محمدی ع، حمیدی س، اسدی اسدآباد م. محاسبات آسیب تابش به منظور شبیه سازی تابش نوترون با تابش یون و توسعه برنامه محاسباتی AMTRACK. پژوهش فیزیک ایران. ۱۳۹۷؛ ۲۵(۱):۲۶۱-۸۸.
- [16] حسینی ا، فقیهی س، جعفری ح، آقایی م. اندازه گیری میزان تاثیر تابش نوترون بر ثابت آسیب جریان معکوس  $\alpha$  دیود. علوم و فناوری فضایی. ۱۳۹۲؛ ۱۱:۱۹-۶.
- [17] آقامحمدی ع. بررسی اثر تشعشعات هسته‌ای بر خواص مکانیکی آلومینیوم و آلیاژهای آن. ۱۳۷۱.
- [18] Shabalin IL. Ultra-high temperature materials I: carbon (graphene/graphite) and refractory metals: Springer; 2014.
- [19] Standard A. E384 - 11 Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. Annual Book of ASTM Standards, ASTM, West Conshohocken, PA. 2012.
- [20] Conshohocken W. Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics 1. Test. 2003:1-10.
- [21] Oku T, Eto M. Correlation between the strength and Vickers hardness of some nuclear graphite. Carbon. 1974;12(4):477-9.
- [22] Krishna R, Jones A, McDermott L, Marsden B. Neutron irradiation damage of nuclear graphite studied by high-resolution transmission electron microscopy and Raman spectroscopy. Journal of Nuclear Materials. 2015;467:557-65.
- [23] Nakamizo M, Honda H, Inagaki M. Raman spectra of ground natural graphite. Carbon. 1978;16(4):281-3.
- [24] Krishna R, Wade J, Jones AN, Lasithiotakis M, Mummery PM, Marsden BJ. An understanding of lattice strain, defects and disorder in nuclear graphite. Carbon. 2017;124:314-33.
- [25] Zhang B, Xia H, He X, He Z, Liu X, Zhao M, et al. Characterization of the effects of 3-MeV proton irradiation on fine-grained isotropic nuclear graphite. Carbon. 2014;77:311-8.
- [26] Amirkhani MA, Asadabad MA, Hassanzadeh M, Mirvakili SM. The effects induced by proton irradiation on structural characteristics of nuclear graphite. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2019:1-9.
- [27] Elman B, Dresselhaus M, Dresselhaus G, Maby E, Mazurek H. Raman scattering from ion-implanted graphite. Physical Review B. 1981;24(2):1027.
- [28] Knight DS, White WB. Characterization of diamond films by Raman spectroscopy. Journal of Materials Research. 1989;4(2):385-93.